

Docket No. 0059-1208-0/vdm



#2 8-11-00
2836

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Kazuya HIRATSUKA, et al.

GAU: 2836

SERIAL NO: 09/517,579

EXAMINER:

FILED: March 2, 2000

FOR: METHOD FOR PRODUCING AN ELECTRIC DOUBLE LAYER CAPACITOR

REQUEST FOR PRIORITY

ASSISTANT COMMISSIONER FOR PATENTS
WASHINGTON, D.C. 20231

SIR:

- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number [US App No], filed [US App Dt], is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.
- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Provisional Application Serial Number , filed , is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e).
- ☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NUMBER</u>	<u>MONTH/DAY/YEAR</u>
JAPAN	11-055932	March 3, 1999

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

- ☒ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee
- ☐ were filed in prior application Serial No. filed
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number .
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and
(B) Application Serial No.(s)
 - ☐ are submitted herewith
 - ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.

Norman F. Oblon
Registration No. 24,618

RECEIVED
MAY 25 2000
TO 2000 MAIL ROOM

Fourth Floor
1755 Jefferson Davis Highway
Arlington, Virginia 22202
Tel. (703) 413-3000
Fax. (703) 413-2220
(OSMMN 11/98)

Stamatios Mylonakis, Ph.D.
Registration Number 42, 921

09/517,579



本 国 特 許 庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

1 9 9 9 年 3 月 3 日

出 願 番 号

Application Number:

平成 1 1 年特許願第 0 5 5 9 3 2 号

出 願 人

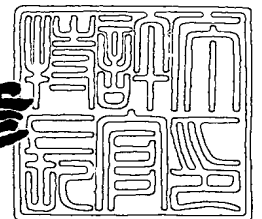
Applicant (s):

旭硝子株式会社

2 0 0 0 年 3 月 3 日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Patent Office

近 藤 隆 彦



出証番号 出証特 2 0 0 0 - 3 0 1 2 2 1 6

【書類名】 特許願

【整理番号】 990167

【提出日】 平成11年 3月 3日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 H01J 9/155

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市神奈川区羽沢町 1 1 5 0 番地 旭硝子株式会社内

【氏名】 平塚 和也

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市神奈川区羽沢町 1 1 5 0 番地 旭硝子株式会社内

【氏名】 河里 健

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市神奈川区羽沢町 1 1 5 0 番地 旭硝子株式会社内

【氏名】 吉田 直樹

【特許出願人】

【識別番号】 000000044

【氏名又は名称】 旭硝子株式会社

【代理人】

【識別番号】 100090918

【弁理士】

【氏名又は名称】 泉名 謙治

【電話番号】 03-3218-5647

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 009830

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 電気二重層キャパシタの製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

比表面積 $100 \sim 3000 \text{ m}^2/\text{g}$ の炭素質材料を含む電極からなる正極及び負極をセパレータを介して対向させてなる素子体に、前記電極の表面に電気二重層を形成することにより電荷を蓄積させ、かつベンゼン又はその塩素誘導体を含む有機電解液を含浸させた後、前記素子体に電圧を印加することを特徴とする電気二重層キャパシタの製造方法。

【請求項 2】

前記ベンゼン又はその塩素誘導体は、ベンゼン、モノクロロベンゼン、ジクロロベンゼン及びトリクロロベンゼンからなる群から選ばれる 1 種以上である請求項 1 に記載の電気二重層キャパシタの製造方法。

【請求項 3】

前記素子体は乾燥雰囲気中で開放状態において電圧が印加される請求項 1 又は 2 に記載の電気二重層キャパシタの製造方法。

【請求項 4】

前記ベンゼン又はその塩素誘導体は、有機電解液中に 0.1 ～ 30 重量%含まれる請求項 1、2 又は 3 に記載の電気二重層キャパシタの製造方法。

【請求項 5】

前記素子体に電圧を印加した後、前記素子体は減圧下に保持される請求項 1、2、3 又は 4 に記載の電気二重層キャパシタの製造方法。

【請求項 6】

前記素子体に対する電圧印加は、下記工程 A 及び下記工程 B からなる請求項 1、2、3、4 又は 5 に記載の電気二重層キャパシタの製造方法。

工程 A：電気二重層キャパシタの正極と負極の間に直流電源により電圧を印加する工程、

工程 B：直流電源に対して正極と負極を工程 A とは反対に接続して電圧を印加する工程。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、性能の長期的信頼性に優れ、かつ耐電圧が高くエネルギー密度が大きい電気二重層キャパシタの製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

電気二重層キャパシタは、充放電サイクルによる長期的信頼性や出力密度の点で優れた特性を有しているが、例えばリチウムイオン二次電池等に比べエネルギー密度が低い問題がある。キャパシタに蓄積されるエネルギー量は、キャパシタの静電容量に比例し、印加電圧の2乗に比例する。したがって、キャパシタの耐電圧を高めると効果的にエネルギー密度を高められる。

【0003】

電気二重層キャパシタの耐電圧は、基本的には電解液の電気化学的な分解電圧によって制限される。電解液として水系電解液に比べ耐電圧の高い有機電解液を使用する場合、電解液中に含まれる不純物、特に水分によって電気分解が起こる。したがって、有機電解液は、溶媒、電解質塩ともに高度に精製されかつ脱水されて使用される。

【0004】

一方、電気二重層キャパシタの電極には高表面積の電極材料が使用され、上記有機電解液と組み合わせる場合、高表面積の電極材料として一般には活性炭が使用される。活性炭は数nm程度の微細孔を有する多孔質材料であるが、高い吸着能を有するため環境中の水分を吸着しやすい。したがって、活性炭は電気二重層キャパシタの製造工程において高度に脱水されている必要がある。

【0005】

通常、活性炭の細孔中から水分を完全に除去するためには、¹⁾しかし、ガス雰囲気中において300℃以上の高温での脱水処理が必要である。通常、活性炭粒子は有機ポリマ等のバインダを用いて集められて電極を形成しており、300℃以上の高温処理ではバインダが分解するため、通常

200℃以下の熱処理しかできない。このため、活性炭電極中の水分を完全に除去することは困難である。

【0006】

有機電解液を用いた電気二重層キャパシタは、エネルギー密度を高める目的から、水の理論分解電圧（1.23V）より高い2V以上の電圧で作動される。このため、キャパシタセルを組み立てた後電圧印加された使用状態において、上記の細孔中の残存水分が電気分解されガスが発生する。発生したガスは活性炭細孔内に徐々に蓄積され、セパレータを介して対向する相対する電極に電解液を含浸させてなる素子体の外部には排出されず、素子体内部に留まることが判明した。

【0007】

このような状況下において長期間使用すると、発生したガスによって細孔内に存在する電解液が追い出され、本来得られるはずの容量が得られない。また、細孔内のイオン移動による電気導通経路が遮断されるため、電気二重層キャパシタの静電容量の減少や内部抵抗の上昇等の性能低下が起こる。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

そこで本発明は、上記の従来技術の問題点を解決し、長期的な性能の信頼性に優れ、作動電圧が高くエネルギー密度の大きい電気二重層キャパシタの製造方法を提供することを目的とする。

【0009】

【課題を解決するための手段】

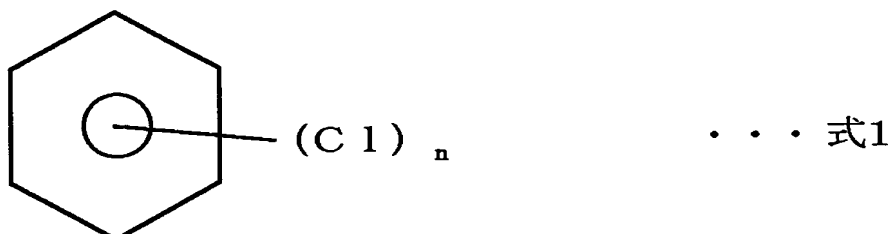
本発明は、比表面積 $100\sim3000\text{ m}^2/\text{g}$ の炭素質材料を含む電極からなる正極及び負極をセパレータを介して対向させてなる素子体に、前記電極の表面に電気二重層を形成することにより電荷を蓄積させ、かつベンゼン又はその塩素誘導体を含む有機電解液を含浸させた後、前記素子体に電圧を印加することを特徴とする電気二重層キャパシタの製造方法を提供する。

【0010】

本発明において、ベンゼンの塩素誘導体は、式1で表される化合物を示す。ただし、式1中nは1～6の整数である。

【0011】

【化1】



【0012】

本発明において、ベンゼン又はその塩素誘導体としては、ベンゼン、モノクロロベンゼン、ジクロロベンゼン及びトリクロロベンゼンからなる群から選ばれる1種以上が好ましい。ジクロロベンゼンの構造は特に限定されず、*o*-ジクロロベンゼン、*m*-ジクロロベンゼン、*p*-ジクロロベンゼンのいずれも好ましい。同様に、トリクロロベンゼンの構造も特に限定されない。

【0013】

本発明において、ベンゼン又はその塩素誘導体が電解液中に含まれる量は、電極に含まれる炭素質材料の細孔特性や残存水分量により適宜調整される。しかし、ベンゼン又はその塩素誘導体は、有機電解液中に完全に溶解している状態が保たれることが好ましい。また、ベンゼン又はその塩素誘導体加わると有機電解液の誘電率は低下するので、ベンゼン又はその塩素誘導体の量は、有機電解液の誘電率の低下にともなうイオン伝導性の低下が少ない範囲に抑えることが好ましい。したがって、電解液中に0.1～30重量%、特に1～10重量%含まれることが好ましい。

【0014】

本発明における作用原理は必ずしも明確ではないが、電解液中に含まれるベンゼン又はその塩素誘導体は、炭素質材料の細孔内壁に存在する擬黒鉛表面と親和性が高く、加熱処理によっては除去されずに微細孔内に残存する水分と置換吸着されやすいと思われる。そして、残存水分は微細孔内から容易に追い出され、微細孔外の電解液中に浸出するものと思われる。これらの水分は、電解液を含浸させた素子体に電圧が印加されると、容易に電気分解されガス化される。

【0015】

電気二重層形成による電荷蓄積は、大部分は細孔内部で起こるので、従来の電解液中にベンゼン又はその塩素誘導体を含まない電気二重層キャパシタでは、電解液を含浸させた素子体に電圧印加すると微細孔内に残存する水分の電気分解により発生するガスが微細孔内に留まり性能が劣化していた。ところが本発明では、上述したように電圧印加により残存水分が電気分解して発生するガスは微細孔内ではなく微細孔外、すなわち活性炭粒子内のマクロポア又は粒子間隙に存在するか、さらには泡として素子体の外部へ排出されると思われる。したがって、電気二重層キャパシタの性能劣化は軽微に抑制できると推定される。

【0016】

しかし、上記の素子体への電圧印加によって発生した分解ガスは、電気二重層キャパシタセルの内圧を上昇させる。したがって、製造工程における電圧印加は、乾燥雰囲気中で開放状態において行い、発生したガスをキャパシタセル外へ排出させることが好ましい。ここで開放状態とは、素子体をセル内に収容していない状態、又はセル内に収容していてもセルが密閉されていない状態を示す。

このときの乾燥雰囲気としては露点 -20°C 以下であることが好ましく、特に -30°C 以下、さらには -40°C 以下であることが好ましい。

【0017】

また、素子体に印加する電圧は、水の分解電圧より高い 2V 以上が好ましく、 2.5V 以上がさらに好ましい。素子体に電圧を印加する温度は $15\sim 85^{\circ}\text{C}$ 、特に $20\sim 70^{\circ}\text{C}$ が好ましい。加温しつつ電圧を印加すると電気二重層キャパシタの耐久性を高める効果が大きく、電圧印加時間を短縮できる。しかし、その温度が高すぎると初期容量が低下し内部抵抗が上昇しやすい。

また、本発明では、素子体を電圧印加処理した後、素子体を減圧下に保持することにより、より効果的に発生したガスを素子体から除去できるので好ましい。

【0018】

また、電解液を含浸させた素子体に対する電圧印加は、通常、電気二重層キャパシタの正極となる電極（以下、素子体の正極という）を直流電源のプラス端子に接続し、電気二重層キャパシタの負極となる電極（以下、素子体の負極という）を直流電源のマイナス端子に接続して行う。しかし、さらに電気二重層キャパ

シタの耐久性を高めるには、この電圧印加を、1回以上正極と負極を逆転させて行うことが好ましい。

【0019】

すなわち、素子体への電圧印加が下記工程A及び下記工程Bからなることが好ましい。

工程A：素子体の正極と負極の間に直流電源により電圧を印加する工程、

工程B：直流電源に対して正極と負極を工程Aとは反対に接続して電圧を印加する工程。

ここで工程Aと工程Bはいずれの工程を先に行ってもよく、また工程Aと工程Bを交互に繰り返し行ってもよい。

【0020】

本発明における電極は、正極、負極とも電解液との界面に電気二重層を形成する比表面積 $100 \sim 3000 \text{ m}^2/\text{g}$ の炭素質材料を含む。該炭素質材料としては、フェノール等の樹脂系活性炭、やしがら系活性炭、コークス系活性炭、ピッチ系の活性炭、カーボンナノチューブ、カーボンエアロゲル、カーボンブラック、ポリアセン等が好ましく使用できる。電極はこれらの炭素質材料の1種以上に有機系バインダを加えて形成されることが好ましい。特に、炭素質材料にポリテトラフルオロエチレン、ポリフッ化ビニリデン等の有機バインダを加えてシート状に成形して集電体に接合するか、又は炭素質材料と前記有機バインダとを含む液を集電体上に塗工して形成されることが好ましい。

【0021】

本発明において、電気二重層形成のために有機電解液中に含まれる溶質は、電気伝導性、溶解度、電気化学的安定性の点で第4級オニウム塩が好ましい。特に $\text{R}^1\text{R}^2\text{R}^3\text{R}^4\text{N}^+$ 又は $\text{R}^1\text{R}^2\text{R}^3\text{R}^4\text{P}^+$ (R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 はそれぞれ独立に炭素数1～6のアルキル基又は炭素数6～10のアリール基である。)で表されるカチオンを有することが好ましく、特に前記カチオンと BF_4^- 、 PF_6^- 、 CF_3SO_3^- 、 AsF_6^- 、 $\text{N}(\text{SO}_2\text{CF}_3)_2^-$ 、 ClO_4^- 等のアニオンとからなる塩が好ましい。

【0022】

電解液中の上記オニウム塩の濃度は、電気二重層形成に必要なイオン量を確保し、十分な電気伝導性を得る目的から、 0.5 mol/L 以上であることが好ましく、特に 1.0 mol/L 以上であることが好ましい。

【0023】

有機電解液に使用される有機溶媒としては、エチレンカーボネート、プロピレンカーボネート、ブチレンカーボネート等の環状カーボネート、ジメチルカーボネート、エチルメチルカーボネート、ジエチルカーボネート等の直鎖状カーボネート、スルホラン、スルホラン誘導体、及びアセトニトリル、グルタロニトリル等のニトリルからなる群から選ばれる1種以上の溶媒が好ましい。

【0024】

本発明におけるセパレータは特に限定されないが、電気絶縁性と電解液に対する化学的安定性に優れ、かつ電解液の吸液量が多くて保液性に優れる多孔質材料からなることが好ましい。具体的には、ガラス繊維、シリカファイバ、アルミナファイバ、及びこれらのウスカ等の無機繊維や、マニラ麻等の天然繊維、ポリオレフィン、ポリエステル等の合成繊維等の有機繊維からなることが好ましく、これらの繊維を抄造してなるシートが好ましい。また、ポリオレフィン、ポリエステル等からなるフィルムに延伸操作によって微孔を設けたマイクロポラスフィルムも好ましい。

【0025】

本発明の電気二重層キャパシタの構造は特に限定されず、円盤状の正極及び負極をセパレータを介して対向させ電解液を含浸させたコイン型構造、矩形状の正極と負極とをセパレータを介して複数交互に積層し、電解液を含浸させて角型ケースに収容してなる積層型構造、一对の帯状の正極と負極とをセパレータを介して対向させて巻回し、電解液を含浸させて円筒型ケースに収容してなる巻回型構造等いずれも好ましく採用できる。

【0026】

【実施例】

次に、実施例（例1～12、15、16）及び比較例（例13、14）により本発明をさらに具体的に説明するが、本発明はこれらにより限定されない。

【0027】

[例1～14]

比表面積 $1800 \text{ m}^2/\text{g}$ 、平均粒径 $10 \mu\text{m}$ の高純度フェノール樹脂系活性炭粉末 80 重量部、導電材としてカーボンブラック 10 重量部、バインダとしてポリテトラフルオロエチレン粉末 10 重量部を混合した後、エタノールを滴下しながら混練し、ロール圧延した後 200°C で 30 分乾燥してエタノールを除去し厚さ $140 \mu\text{m}$ の電極シートを作製した。

【0028】

リード引き出し部を有する厚さ $40 \mu\text{m}$ のアルミニウム箔集電体の幅 6 cm 、長さ 13 cm の部分の両面に、導電性接着剤を用いて上記電極シートを接合し、さらにロールプレスして電極と集電体とが一体化された厚さ $330 \mu\text{m}$ の電極体を作製し、これを正極体及び負極体とした。

【0029】

ガラス繊維抄造シートを幅 6.6 cm 、長さ 13.6 cm の長方形に打ち抜いてセパレータとし、上記正極体 18 枚と上記負極体 18 枚とをセパレータを介して交互に積層し、素子体を得た。この素子体を 200°C で 24 時間真空乾燥した後、高さ 15 cm 、幅 7 cm 、厚さ 2.2 cm の有底角型のアルミニウム製金属ケースに収容した。

【0030】

有機電解液として、 1.5 mol/L の $(\text{C}_2\text{H}_5)_3(\text{CH}_3)\text{NBF}_4$ を溶解したプロピレンカーボネート溶液に表 1 に示す添加剤を表 1 に示す割合（電解液中の濃度）で加えたものを調製した。各有機電解液はあらかじめ加熱脱水したモレキュラーシーブに接触させ、電解液中の水分を 10 ppm 以下まで除去した後、それぞれ前記金属ケース内に注入して前記素子体に含浸させた。

【0031】

さらに、各素子体に対し、表 1 に示すように開放状態での電圧印加処理及び減圧処理を行った。表 1 に示すとおりいずれの処理も行わなかったものもある。なお、電圧印加処理としては、金属ケースを封口せずに開放した状態で、乾燥雰囲気中（露点 -50°C ）で素子体の正極を直流電源のプラス端子、素子体の負極を

直流電源のマイナス端子に接続し、2.8 Vの電圧を12時間印加し続けた。また減圧処理は、電圧印加処理の後、5 t o r rの減圧下に1分間保持した。

【0032】

次いで、アルミニウム蓋体に絶縁されつつ気密に取り付けられた正極端子と負極端子に正極、負極の電極リードをそれぞれまとめて超音波溶接した。その後、前記蓋体を前記金属ケースの開口部にはめ込み、周辺部をレーザー溶接して封口し、電気二重層キャパシタを得た。なお、開放状態での電圧印加処理をしなかった例1、例6及び例13のサンプルには、金属ケースの封口後に電気二重層キャパシタの正極を直流電源のプラス端子、負極を直流電源のマイナス端子に接続し、2.8 Vの電圧を12時間印加し続けたものを電気二重層キャパシタの完成サンプルとした。

【0033】

得られた各電気二重層キャパシタの初期の放電容量、内部抵抗を測定した後、性能信頼性の加速試験として、このキャパシタを45℃の恒温槽中にて2.7 Vの電圧を印加しながら2000時間保持し、耐久試験を実施した。耐久試験後の放電容量と内部抵抗を測定し、初期特性に対する耐久試験後の容量変化率及び抵抗変化率を算出した。結果を表2に示す。

【0034】

[例15]

電圧印加処理として、以下に示す処理に変更した以外は例3と同様にして電気二重層キャパシタを得た。すなわち、金属ケースを封口せずに開放した状態で、乾燥雰囲気中（露点-50℃）で素子体の正極を直流電源のマイナス端子、素子体の負極を直流電源のプラス端子に接続し、2.8 Vの電圧を6時間印加し続けた。続けて素子体の正極を直流電源のプラス端子、負極を直流電源のマイナス端子に接続し、さらに2.8 Vの電圧を6時間印加し続けた。得られた電気二重層キャパシタを例1と同様に評価した。結果を表2に示す。

【0035】

[例16]

ベンゼンのかわりにo-ジクロロベンゼン5重量%を電解液中に含有させた以

外は例 15 と同様にして電気二重層キャパシタを得た。この電気二重層キャパシタを用いて例 1 と同様に評価した。結果を表 2 に示す。

【0036】

【表 1】

	添加剤	添加量 (重量%)	開放状態での 電圧印加処理	減圧 処理
例 1	ベンゼン	5	なし	なし
例 2	ベンゼン	5	あり	なし
例 3	ベンゼン	5	あり	あり
例 4	ベンゼン	2	あり	あり
例 5	ベンゼン	10	あり	あり
例 6	モノクロロベンゼン	5	なし	なし
例 7	モノクロロベンゼン	5	あり	なし
例 8	モノクロロベンゼン	5	あり	あり
例 9	o-ジクロロベンゼン	5	あり	あり
例 10	m-ジクロロベンゼン	5	あり	あり
例 11	p-ジクロロベンゼン	5	あり	あり
例 12	1,2,4-トリクロロベンゼン	5	あり	あり
例 13	なし	—	なし	なし
例 14	ナフタレン	5	あり	あり

【0037】

【表 2】

	初期		耐久試験後			
	放電容量 (F)	内部抵抗 (mΩ)	放電容量 (F)	容量変化 率 (%)	内部抵抗 (mΩ)	抵抗変化 率 (%)
例 1	1720	2.8	1430	-17	5.0	+80
例 2	1700	2.7	1450	-15	4.5	+65
例 3	1710	2.7	1470	-14	4.3	+60
例 4	1720	2.9	1440	-15	4.7	+62
例 5	1710	3.0	1400	-16	5.5	+62
例 6	1730	2.5	1440	-17	4.8	+79
例 7	1710	2.6	1440	-16	4.3	+66
例 8	1710	2.6	1470	-14	4.2	+62
例 9	1710	2.8	1500	-12	4.4	+58
例 10	1720	2.8	1480	-14	4.5	+61
例 11	1710	2.7	1490	-19	4.3	+59
例 12	1700	2.7	1280	-19	5.5	+105
例 13	1730	3.0	950	-45	8.8	+192
例 14	1720	2.9	480	-72	18.9	+520
例 15	1710	2.8	1520	1520	4.3	+55
例 16	1720	2.7	1530	1530	4.2	+54

【0038】

【発明の効果】

本発明によれば、電気二重層キャパシタの耐電圧を高めることができ、高電圧を印加しても長期的に性能信頼性に優れ、かつエネルギー密度の高い電気二重層キャパシタが得られる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 性能信頼性に優れ、耐電圧が高くエネルギー密度の高い電気二重層キャパシタの製造方法の提供。

【解決手段】 比表面積 $100 \sim 3000 \text{ m}^2/\text{g}$ の炭素質材料を含む電極からなる正極及び負極をセパレータを介して対向させてなる素子体に、前記電極の表面に電気二重層を形成し電荷を蓄積させ、かつベンゼン又はその塩素誘導体を含む有機電解液を含浸させた後、乾燥雰囲気中にて前記素子体に電圧を印加する。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000000044]

1. 変更年月日 1990年 9月 6日
[変更理由] 新規登録
住 所 東京都千代田区丸の内2丁目1番2号
氏 名 旭硝子株式会社
2. 変更年月日 1999年12月14日
[変更理由] 住所変更
住 所 東京都千代田区有楽町一丁目12番1号
氏 名 旭硝子株式会社